

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

1 9 9 9 年 6 月 3 0 日

出 願 番 号

Application Number:

平成 1 1 年特許願第 1 8 4 8 5 1 号

出 願 人

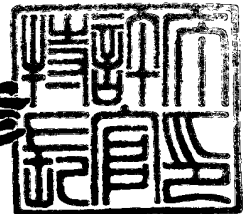
Applicant (s):

信越化学工業株式会社

2 0 0 0 年 2 月 2 5 日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

近 藤 隆 彦



出証番号 出証特 2 0 0 0 - 3 0 1 0 7 8 8

【書類名】 特許願

【整理番号】 B119040P

【提出日】 平成11年 6月30日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 F17C 7/04

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 津村 寛

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 島田 忠克

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 小出 弘行

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内

【氏名】 平沢 秀夫

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代表者】 金川 千尋

【代理人】

【識別番号】 100088306

【弁理士】

【氏名又は名称】 小宮 良雄

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 014719

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9100514

【プールの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 多孔質ガラス母材原料液の気化装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 原料液体供給源、キャリアガス供給源、および気体供給先に各々連結する密閉系のタンクを備えた多孔質ガラス母材原料液の気化装置であって、タンク内の原料液体を加熱する加熱源と、該原料液体を検温する温度センサと、該温度センサの検温温度により該加熱源へのエネルギー供給量を増減する制御回路、およびタンクの内圧を計測する圧力計と、該キャリアガス供給源から該タンクに至る途中に配置される流量調整弁と、該圧力計の計測内圧により該流量調整弁を開閉する制御回路、を有する気化装置。

【請求項 2】 該気体供給先が複数の水素火炎バーナであることを特徴とする請求項 1 に記載の気化装置。

【請求項 3】 気体供給先への経路途中に気体供給量制御弁を有することを特徴とする請求項 1 に記載の気化装置。

【請求項 4】 請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の気化装置を用いて気化した多孔質ガラス母材原料が火炎中で加水分解されて生成したガラス微粒子を、堆積させることを特徴とする多孔質ガラス母材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、光ファイバーの原材となる多孔質ガラス母材の製造の際に用いられる、多孔質ガラス母材原料液を気化させる装置に関するものである。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

光ファイバは、多孔質ガラス母材を原材としており、これを焼結、延伸、線引きして得られるものである。多孔質ガラス母材は、テトラクロロシランやテトラクロロゲルマニウムを気化して水素火炎バーナに供給し、水素火炎中で加水分解して生成したガラス微粒子が堆積したものである。

【0 0 0 3】

原料液のテトラクロロシランやテトラクロロゲルマニウムを気化させるために、常圧で沸点以上に加熱する原料液蒸発装置が、特公昭 6 3 - 2 0 7 7 2 号公報に開示されている。原料液蒸発装置を継続使用すると、原料液が長期間高温に晒されるため、自己分解、不純物として存在する極少量の水による部分加水分解、ゲル化、不純物結晶の析出等を誘発し、原料液の純度の低下を引き起こしていた。

【0 0 0 4】

また、減圧下、低温で加熱しつつ、アルゴンや酸素などのキャリアガスを原料液中でバブリングさせ、平衡蒸気圧の分圧を有する気化原料とするバブラーと呼ばれる装置も用いられている。バブラーでは、気化原料の水素火炎バーナへの供給量の変動によりバブラー内部の圧力が変化したり、長期間継続使用により水素火炎バーナへの供給管、フィルター、バルブの目詰まり等を起こして圧力が増加してしまう。そのため、原料液の平衡蒸気圧が変動し気化原料とキャリアガスとの組成比が一定とならず、均質にガラス微粒子が堆積しないという問題があった。

【0 0 0 5】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は前記の課題を解決するためなされたもので、多孔質ガラス母材の原料液を気化させて酸水素バーナに供給する際に、気化原料とキャリアガスとの組成比を一定に維持し、原料液の純度を低下させることなく長期間継続使用が可能な気化装置を提供することを目的とする。

【0 0 0 6】

【課題を解決するための手段】

前記の目的を達成するためになされた本発明の多孔質ガラス母材原料液の気化装置は、実施例に対応する図面を参照して説明すると以下のとおりである。

【0 0 0 7】

気化装置は、図 1 に示すとおり、原料液体供給源、キャリアガス供給源 1 1、および気体供給先 2 1、2 2 に各々連結する密閉系のタンク 5 を備えた多孔質ガラス母材原料液の気化装置であって、タンク 5 内の原料液体 4 を加熱する加熱源

8 と、原料液体 4 を検温する温度センサ 9 と、温度センサ 9 の検温温度により加熱源 8 へのエネルギー供給量を増減する制御回路 1 0、およびタンク 5 の内圧を計測する圧力計 1 6 と、キャリアガス供給源 1 1 からタンク 5 に至る途中に配置される流量調整弁 1 4 と、圧力計 1 6 の計測内圧により流量調整弁 1 4 を開閉する制御回路 1 5、を有している。

【0 0 0 8】

気体供給先が複数の水素火炎バーナ 2 1、2 2 であってもよい。

気体供給先 2 1、2 2 への経路途中に気体供給量制御弁 1 8、1 9 を有していることが好ましい。気体供給先 2 1、2 2 での所望量を適宜供給するために、気体供給量制御弁 1 8、1 9 へ繋がった流量制御装置を有していてもよい。

【0 0 0 9】

この気化装置を用いると、加熱源 8 へのエネルギー供給量を増減することにより原料液体 4 の温度を一定に維持し、流量調整弁 1 4 を開閉することによりタンク 5 の内圧を一定に維持することができる。そのため原料液体 4 の平衡蒸気圧が一定となり、気化原料とキャリアガスとの組成比が変動しない。水素火炎バーナ 2 1、2 2 へ一定の組成比の気化原料を供給することができる。原料液体 4 の温度と、タンク 5 の内圧とは任意に設定することができる。

【0 0 1 0】

本発明の多孔質ガラス母材の製造方法は、前記気化装置を用いて気化した多孔質ガラス母材原料が火炎中で加水分解されて生成したガラス微粒子を、堆積させるものである。気化原料の組成比が一定なので、ガラス微粒子は均質である。

【0 0 1 1】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施例を詳細に説明する。

図 1 には、本発明を適用する多孔質ガラス母材原料液の気化装置の実施例のブロック図が示されている。

【0 0 1 2】

図 1 に示すように、多孔質ガラス母材原料液の気化装置は、外界と遮断され内容物が遺漏しないように気密となっているタンク 5 を有している。タンク 5 は、

キャリアガス供給源であるアルゴンガスポンベ 11 に繋がったガス導入管 12 が底近傍まで挿入されている。ガス導入管 12 の途中に、加圧エア源を駆動源とする流量調整弁 14 が配置されている。タンク 5 の圧力計 16 は比例積分微分制御 (PID 制御) 回路 15 の入力に接続されている。この PID 制御回路 15 は流量調整弁 14 に接続している。

【0013】

タンク 5 の外周には加熱源である電熱ヒータ 8 が配置されている。タンク 5 の内部に熱伝対からなる温度センサ 9 が挿入されている。温度センサ 9 は PID 制御回路 10 の入力に接続されている。この PID 制御回路 10 は電源から電熱ヒータ 8 への電流回路上のサイリスタ 7 に接続されている。

【0014】

テトラクロロシラン供給源に繋がった原料液供給管 2 がタンク 5 に挿入されている。原料液供給管 2 には原料液供給量調整弁 3 が配置されている。

タンク 5 の上方に気体供給管 17 が接続されている。気体供給管 17 は分岐され複数の酸水素火炎バーナ 21、22 に繋がっている。気体供給管 17 の経路途中には気体供給量制御弁 18、19 が配置されている。

【0015】

なお、タンク 5、ガス導入管 12、原料液供給管 2、気体供給管 17 がステンレス製であると耐久性に優れているため好ましい。

【0016】

多孔質ガラス母材原料液の気化装置は、以下のように使用される。

原料液供給量調整弁 3 を開放し、液体のテトラクロロシランをタンク 5 に充填する。水素と酸素とを酸水素火炎バーナ 21、22 に流し点火する。アルゴンガスポンベ 11 の元栓を開放し、アルゴンガスをテトラクロロシラン 4 液中でバブリングする。電源に通電された電熱ヒータ 8 からの熱によりテトラクロロシランは気化する。気体供給量制御弁 18、19 を開く。すると気化したテトラクロロシランとアルゴンガスとは、気体供給管 17 を経て、気体供給量制御弁 18、19 により所望量に調整されて、バーナ 21、22 に流される。

【0017】

消費された液体のテトラクロロシラン 4 を補充するために、原料液供給量調整弁 3 により調整された量のテトラクロロシランが、テトラクロロシラン供給源からタンク 5 へ注入される。

【0018】

圧力計 16 の計測内圧値は P I D 制御回路 15 に入力される。計測内圧値が所定圧力より高いと、P I D 制御回路 15 が流量調整弁 14 での流量を下げる信号を出し、加圧エア源の圧力によりアルゴンガスの流量調整弁 14 を絞る。すると気化したテトラクロロシランのバーナ 21 への吸引によりタンク 5 内の内圧は低下する。一方、計測内圧値が所定圧力より低いと、P I D 制御回路 15 が流量調整弁 14 での流量を上げる信号を出し、流量調整弁 4 を緩める。すると導入されたアルゴンガスによりタンク 5 内の内圧は上昇する。この繰り返しによりタンク 5 内の内圧は常に所定圧力に維持される。

【0019】

温度センサ 9 の検温値は P I D 制御回路 10 に入力される。検温値が所定温度より高いと、P I D 制御回路 15 が電源から電熱ヒータ 8 への電力量を下げる信号を出し、サイリスタ 7 により電熱ヒータ 8 への供給電力量を低下させる。するとテトラクロロシランの気化熱により温度は低下する。一方、検温値が所定温度より低いと、P I D 制御回路 15 が、電源から電熱ヒータ 8 への電力量を上げる信号を出し、サイリスタ 7 により電熱ヒータ 8 への供給電力量を上昇させる。すると電熱ヒータ 8 からの供給熱量が増加し温度は上昇する。この繰り返しによりテトラクロロシラン 4 の液温は常に所定温度に維持される。

【0020】

タンク 5 の内圧とテトラクロロシラン 4 の液温が一定であると、テトラクロロシラン 4 の平衡蒸気圧も常時一定となる。そのため気化したテトラクロロシランとアルゴンガスとは分圧が変動せず組成比が一定となる。酸水素火炎バーナ 21、22 に供給された気化したテトラクロロシランを火炎中で加水分解させると均質なガラス微粒子が形成されるので、均一に堆積した多孔質ガラス母材 23 が得られる。

【0021】

なお、制御回路 10、15 は、PID 制御回路であることが好ましいが、オンオフ制御回路であってもよい。

【0022】

本発明の多孔質ガラス母材原料液の気化装置を用いて多孔質ガラス母材を試作した。

内容量 10 L のステンレス製タンク 5 に液体のテトラクロロシラン 4 を充填する。アルゴンガスにより、タンク 5 内の圧力を常時ゲージ圧で $0.6 \text{ kg/cm}^2 \text{ G}$ に調整する。テトラクロロシラン 4 の液温は常時 40°C に調整する。気化したテトラクロロシランとアルゴンガスとを 13 台の酸水素火炎バーナに供給する。1 本の多孔質ガラス母材は 1 台のバーナを約 40 時間連続稼動する 1 バッチの工程で製造される。1 バッチの工程が終了するとそのバーナのバルブを閉鎖し稼動を停止する。次の多孔質ガラス母材の製造開始時にバルブを開放しバーナを再稼動する。バーナのいずれかを常に使用しながら、4000 時間連続して気化装置を稼動したところ、気化したテトラクロロシランの全バーナへの単位時間当りの供給量は、稼動しているバーナ台数の増減により、平均供給量に対し $\pm 30\%$ 変動した。しかし気化したテトラクロロシランとキャリアガスとはその組成比が変動せずに各バーナへ安定して供給された。

【0023】

なお、この気化装置は、テトラクロロシランやテトラクロロゲルマニウムの多孔質ガラス母材原料液を気化させるものであるが、ハロゲン化アルキルシランやハロゲン化アルコキシシランを気化させるために用いることもできる。また、多孔質ガラス母材を製造する際に用いることが好ましいが、合成石英を製造する際に用いることもできる。

【0024】

【発明の効果】

以上、詳細に説明したように本発明の多孔質ガラス母材原料液の気化装置を用い、多孔質ガラス母材を製造する際、複数の水素火炎バーナのうち、一部の稼動を停止したり再稼動したときでも、タンク内の圧力と、原料液の温度とを一定に維持することができる。原料液の平衡蒸気圧が一定となり気化原料とキャリアガ

スとの組成比が常に一定に維持されるので、均質に多孔質ガラス微粒子を堆積させて高品質な多孔質ガラス母材を得ることができる。原料液を低い温度で気化させることができ原料液の自己分解等が抑制されるので、気化装置を長期間継続して使用することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明を適用する多孔質ガラス母材原料液の気化装置の実施例を示すブロック図である。

【符号の説明】

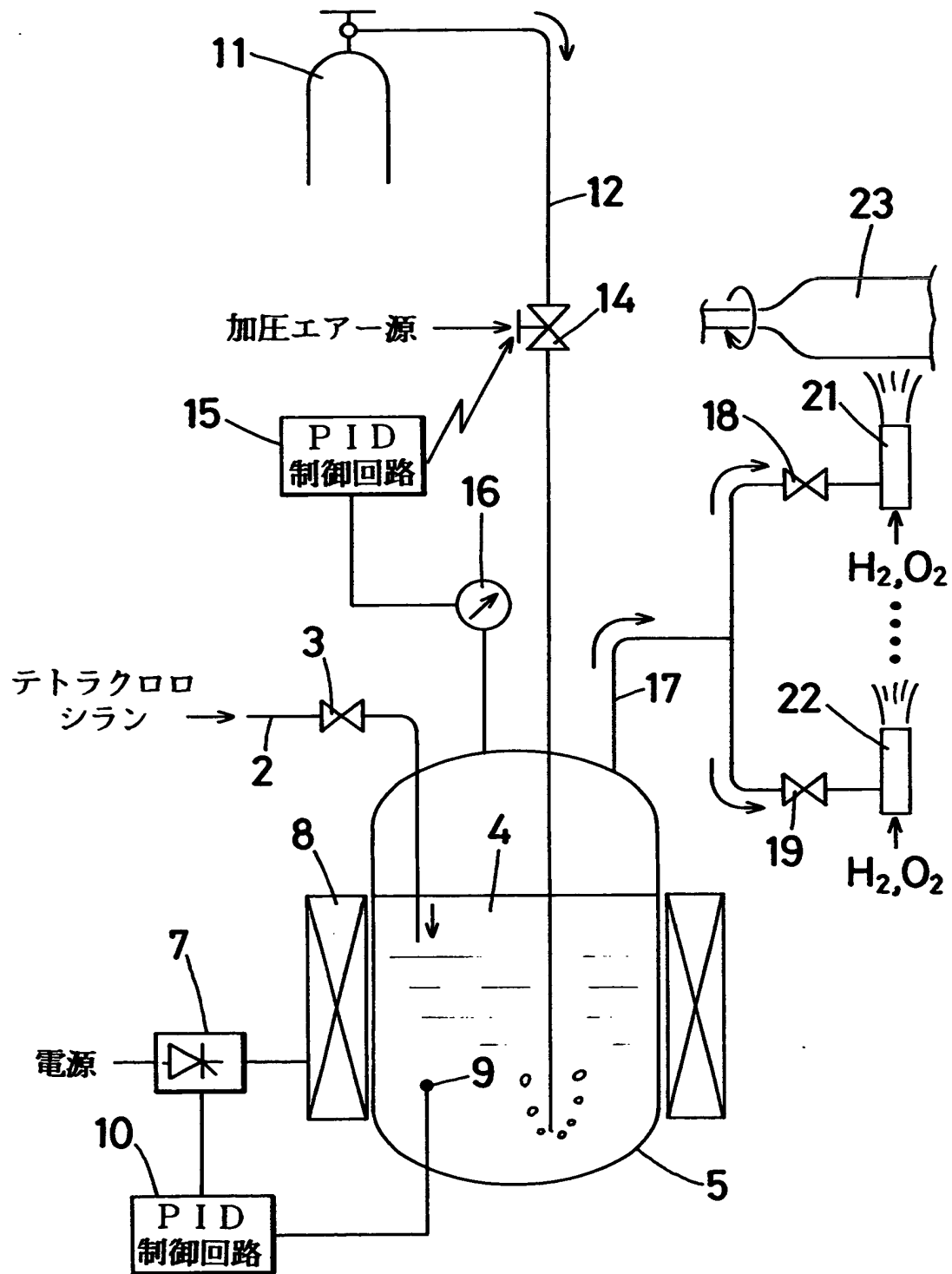
2は原料液供給管、3は原料液供給量調整弁、4は液体のテトラクロロシラン、5はタンク、7はサイリスタ、8は電熱ヒータ、9は温度センサ、10はPID制御回路、11はアルゴンガスボンベ、12はガス導入管、14は流量調整弁、15はPID制御回路、16は圧力計、17は気体供給管、18・19は気体供給量制御弁、21・22は酸水素バーナ、23は多孔質ガラス母材である。

【書類名】

図面

【図 1】

図 1



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

多孔質ガラス母材の原料液を気化させて酸水素バーナに供給する際に、気化した原料とキャリアガスとの組成比を一定に維持し、原料液の純度を低下させることなく長期間継続使用が可能な気化装置を提供する。

【解決手段】

気化装置は、原料液体供給源、キャリアガス供給源 1 1、および気体供給先 2 1 に各々連結する密閉系のタンク 5 を備えた多孔質ガラス母材原料液の気化装置であって、タンク 5 内の原料液体 4 を加熱する加熱源 8 と、原料液体 4 を検温する温度センサ 9 と、温度センサ 9 の検温温度により加熱源 8 へのエネルギー供給量を増減する制御回路 1 0、およびタンクの内圧を計測する圧力計 1 6 と、キャリアガス供給源 1 1 からタンク 5 に至る途中に配置される流量調整弁 1 4 と、圧力計 1 6 の計測内圧により流量調整弁 1 4 を開閉する制御回路 1 5、を有している。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 2 0 6 0]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 8 月 2 2 日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号
氏 名	信越化学工業株式会社